



## BREVET D'INVENTION

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention ;

Vu la Convention d'Union pour la Protection de la Propriété Industrielle ;

Vu le procès-verbal dressé le 12 mai 1910 à 11 h. 15  
au Greffe du Gouvernement provincial du Brabant ;

### ARRÊTE :

Article 1. — Il est délivré à *Charles Franciscus de B.*  
*représenté par son avocat, M. de B.*  
un brevet d'invention pour : *procédé de condensation*

qu'il déclare avoir fait l'objet d'une première demande de brevet déposée

Article 2. — Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention (mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 12 mai 1910

Au nom du Ministre et par délégation :  
Le Directeur Général du Commerce,

*Capau*

## ROYAUME DE BELGIQUE

MINISTÈRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES

BREVET d'invention n° 465465

DEMANDE DÉPOSÉE, le 24. V. 1946

BREVET ACCORDÉ par arrêté ministériel du 29. VI. 1946

## M E M O I R E D E S C R I P T I F

déposé à l'appui d'une demande de

BREVET D'INVENTION

par :

SHELL DEVELOPMENT COMPANY

pour :

"Procédé de contact".

-----

Priorité d'une demande de brevet déposée aux Etats-Unis d'Amérique le 21 juin 1945.

-----

La présente invention est relative à des procédés de contact de fluides et de matières fluidifiées et à l'appareillage dans lequel peut s'effectuer l'opération précitée. L'invention concerne, en particulier, le traitement de mélanges de fluides, dans lesquels on a avantage à former des phases distinctes.

L'invention a notamment pour objet d'obtenir un contact intime entre des fluides ou matières fluidifiées de propriétés physiques et ou chimiques dissemblables.

MINISTÈRE DES  
ÉCONOMIQUES

-5 JUIN 1946

BREVETS

Elle a également pour objet d'obtenir un contact efficace en des périodes de temps relativement courtes, d'obtenir une grande efficacité de contact ou rendement sur des distances de contact courtes, et de former une phase discontinue distincte d'aspect uniforme dans une phase continue.

D'autres objets de l'invention consistent à former une phase <sup>dis</sup>continue dont les particules de liquide distinct ont une grosseur prédéterminée et sensiblement uniforme, et à obtenir une phase dispersée de matières fluides finement divisées ou de caractère fluidifié. Un autre objet de l'invention est le développement du procédé de contact fonctionnant de manière efficace indépendamment des propriétés physiques ou chimiques différentes des matières traitées, et de l'installation dans laquelle le dit procédé peut être mis en oeuvre. L'invention a encore pour objet la création d'un appareillage capable de réaliser plusieurs buts différents sans qu'il se produise un changement, ou tout au moins sans qu'il se produise un changement notable, dans l'aspect fondamental de la dispersion obtenue. D'autres objets de l'invention concernent le développement d'une séparation technique perfectionnée, la formation de nouvelles règles d'extraction, l'utilisation d'une installation simple mais hautement efficace, et le traitement de grandes quantités de matières dans des ensembles mécaniques relativement petits possédant des capacités de débit élevées.

Les objets de l'invention précités, de même que d'autres objets non mentionnés, appartiennent au domaine de l'invention et seront définis dans des parties plus spécifiques du présent mémoire.

Le fluide ou la matière fluidifiée (désignée ci-après par "fluide") suivant l'invention comprend des liquides, des gaz, des vapeurs, des poudres et des corps finement divisés, qui sont susceptibles de former un système à plusieurs phases ou plus spécialement, une dispersion d'au moins un type de matière-

re dans une phase continue de l'autre type, les dites phases restant distinctes dans la majeure partie de la zone de contact.

A titre d'exemples de types généraux de systèmes hétérogènes proposés, on peut citer les systèmes gaz-solide, gaz-liquide, liquide-gaz, liquide-liquide, liquide-solide, liquide-liquide-solide, liquide-gaz-solide, gaz-liquide-solide, liquide-liquide-gaz, liquide-liquide-liquide, ~~liquide~~ et gaz-liquide-liquide, dans lesquels le constituant cité en premier lieu constitue une phase continue tandis que le second et éventuellement le troisième constituant forment une ou deux phases dispersées. Chaque phase peut comprendre plusieurs composants tels que des mélanges de solvants de différentes capacités ou de différents degrés de sélectivité, des mélanges contenant des diluants servant à diminuer la viscosité, à changer la tension superficielle ou la tension interfaciale, à changer la densité interne, etc... Le fluide ou la matière fluidifiée peut être constitué d'éléments tels que des acides, des bases, des sels, des réducteurs, des oxydants, des agents d'halogénéation, des solvants de toutes sortes, des agents de solubilisation, des agents d'absorption neutres ou réactionnels, des adsorbants tels que des terres, du charbon de bois, des gels, des résines échangeuses de cation et d'anion, ainsi que les agents employés communément dans la clarification, la séparation, l'extraction, la concentration et la purification de mélanges du type fluide.

Le traitement des matières susmentionnées se fait, suivant l'invention, dans une zone annulaire formée entre deux surfaces continues de révolution, dont l'une est intérieure à l'autre. Les deux surfaces susdites ne se touchent pas. Les deux surfaces (ou l'une d'entre elles) sont animées d'un mouvement de rotation autour de leur axe à des vitesses comprises dans un intervalle prédéterminé et dépendant des propriétés des matières à amener en contact et du but particulier envisa-

gé, ainsi que des conditions générales de fonctionnement de l'appareil de contact.

Pour illustrer les diverses zones annulaires de contact, dans lesquelles les traitements de contact sont à réaliser, et pour illustrer d'autres aspects physiques de la présente invention, on s'en référera aux dessins, dans lesquels :

Les figures Ia à IVd inclusivement sont des coupes verticales partielles de zones annulaires de différentes formes.

La figure V est une coupe verticale partielle d'un appareil de contact muni de la zone de contact et représentée à la figure Ia. Les figures VI et XIV illustrent diverses trajectoires de courant pour un fluide dans une zone de contact du type représenté à la figure V. Les figures VIIa à XIIIb inclusivement montrent les dessins formés par la phase dispersée se trouvant dans une zone de contact du type représenté à la figure V. La figure XV montre une famille de courbes obtenues à des débits différents en fonction des efficacités ou rendements d'extraction et en fonction de vitesses différentes de rotation du rotor de l'appareil. La figure XVI montre une famille de courbes pour des appareils de contact rotatifs de dimensions différentes en fonction de différents débits et de différentes efficacités d'extraction optimum. La figure XVII montre deux courbes comparant l'efficacité à la dimension ou grandeur de l'appareil de contact rotatif suivant l'invention et d'une tour à garnissages.

La zone annulaire susmentionnée dans laquelle a lieu le contact ou le traitement des matières, est la zone formée entre la surface courbe extérieure d'une surface de révolution intérieure et la surface courbe intérieure d'une surface de révolution extérieure, comme le montrent les figures Ia à IVd inclusivement. Les axes de ces deux surfaces ne doivent pas nécessairement coïncider (voir figure Ic). Il peut y avoir

plus de deux surfaces de révolution formant plusieurs anneaux concentriques (voir figure Ib).

Les deux surfaces de révolution peuvent être brutes, lisses ou polies, et sont, de préférence, placées de telle sorte que leur axe commun ne soit pas dans une position horizontale, c'est-à-dire qu'une extrémité soit sensiblement plus haute que l'autre. D'autres agencements et types de zones annulaires sont possibles, comme le montrent les dessins.

Les surfaces de contact de formes différentes mentionnées ci-dessus et les zones annulaires permettent des vitesses périphériques variables des surfaces et fournissent des surfaces transversales annulaires variables d'une extrémité de la colonne à l'autre. Ces zones sont applicables aux systèmes de contact de fluides qui, lorsque les fluides passent à travers la colonne, changent d'après l'une ou l'autre des propriétés suivantes : volume, poids, viscosité, tension superficielle, rapport entre les deux phases, etc.. De tels changements peuvent être dus à l'addition et/ou à l'extraction de fluide en un ou plusieurs points le long de la colonne. Ils peuvent également être dus aux effets physiques ou chimiques qui se produisent entre deux fluides lorsqu'ils sont maintenus en contact dans la zone. Il est toutefois souhaitable que les changements dans la forme des surfaces soient progressifs. Pour les systèmes, dans lesquels les variables susdites ne changent que faiblement, la forme convenant le mieux est celle de deux cylindres concentriques.

Etant donné les proportions physiques de l'appareillage, il est souhaitable que la zone de contact annulaire soit au moins deux fois aussi longue que le diamètre intérieur de la surface extérieure. En fait, la dite zone de contact peut être aussi longue que le permettent les limitations opératoires et mécaniques. La longueur de la zone devrait au moins être égale à quatre fois, et, de préférence, au moins à dix fois l'espace annulaire minimum entre les deux surfaces de la dite zone.

Plus la colonne est longue, plus elle contient d'étages théoriques, et moindre est la perte résultant de "l'effet final ou terminal" aux orifices d'alimentation et aux extrémités de la zone où une répartition désordonnée prévaut initialement.

Le rapport entre la largeur de l'espace annulaire et le diamètre de la surface intérieure ne devrait pas être supérieur à environ 5:1, ni être inférieur à environ 1:50. Ce rapport devrait, de préférence, être compris entre 2:1 et 1:10.

Lorsqu'on opère avec un appareil muni d'un des types susmentionnés de zones annulaires, il est essentiel d'établir une différence entre la vitesse angulaire absolue de rotation de deux surfaces de contact adjacentes quelconques. Ainsi, une surface peut être au repos, ou les deux surfaces peuvent tourner, soit dans le même sens, soit dans des sens opposés. Dans de nombreux systèmes, on préfère que la surface intérieure tourne à une vitesse périphérique supérieure à celle de la surface extérieure. La forme de réalisation la plus simple et la plus recherchée est celle dans laquelle la surface cylindrique intérieure tourne, tandis que la surface cylindrique extérieure reste immobile. En faisant varier la vitesse de rotation d'une surface de révolution par rapport à l'autre, il est possible de régler le rendement ou l'efficacité du rendement et de diminuer la tendance qu'ont les deux phases à former des émulsions.

De plus, lorsqu'on opère avec un appareil muni d'un des types susmentionnés de zones, il est essentiel que les fluides soient en tout temps en contact avec les deux surfaces quand ils passent à travers la zone. Ces fluides peuvent circuler dans la zone, soit dans le même sens, soit en sens opposé, et ils peuvent y être amenés soit continuellement, soit par intermittence.

Dans le cas d'un courant à sens unique, il n'est pas nécessaire que les deux phases soient de densités différentes.

Toutefois, dans le cas de courants en sens inverses le contraire est essentiel. C'est pourquoi, dans le dernier cas, une différence de densité supérieure à environ 0,02 gr/cc entre les deux phases est souhaitable.

A titre illustratif, on s'en réfèrera à présent au contacteur rotatif de la figure V agissant comme contacteur à solvant liquide-liquide. Dans ce contacteur, le mélange liquide à séparer est le plus léger. Il constitue la phase continue et se dirige vers le haut à travers la zone cylindrique annulaire dans le même sens qu'un solvant qui est le plus lourd et constitue la phase dispersée. Le contacteur rotatif comprend, dans ce cas, une surface cylindrique extérieure 1 dénommée "stator" et une surface cylindre intérieure rotative 2, dénommée "rotor". Le rotor est monté à ses extrémités dans des paliers 3 et 4, et est mis en rotation à vitesse variable par un moteur 5. Au-dessus et en dessous des orifices d'admission de la phase lourde et de la phase légère, désignés respectivement par 6 et 7, sont prévues des zones tranquilles constituées, dans le présent cas, par des décanteurs 8 et 9, dont les produits de phase légère et de phase lourde sont respectivement extraits par les conduites 10 et 11. Chaque décanteur est muni d'un tuyau de retour ou de recyclage 12 et 13 pour le débordement de la couche surnageante et de conduites d'admission désignées respectivement par 14 et 15.

La phase légère introduite par la conduite 7 se dirige vers le haut autour de la surface cylindrique annulaire comprise entre le stator 1 et le rotor 2 et est extraite par la conduite d'échappement 10. La phase lourde introduite par la conduite 6 est dispersée dans la phase continue légère se trouvant dans le contacteur, grâce à l'action du rotor. La phase dispersée se dirige ensuite vers le bas, à travers la zone cylindrique annulaire. La phase dispersée, qui se déplace en sens opposé à celui de la phase continue d'une manière décrite ci-dessous



est rassemblée et extraite par la conduite d'échappement inférieure 11.

On maintient un niveau interfacial entre les deux phases soit dans le décanteur de sommet 8, soit dans le décanteur de base 9 par des dispositifs appropriés de contrôle de niveau tels que des appareils de contrôle électriques 38 ou 39 établis à l'emplacement voulu du niveau interfacial. Ceci signifie que les éléments 38 et 39 contrôlent la soupape 40 pour l'extraction de la phase lourde par la conduite 11. L'emplacement du niveau interfacial dépend de celle des deux phases qui est la phase continue et de celle qui est la phase discontinue. Il est de règle que la phase discontinue se déplace vers le niveau interfacial. Ainsi, si la phase légère est la phase dispersée, le niveau interfacial sera situé au sommet du décanteur 8. Par contre, si la phase lourde est la phase dispersée, le niveau interfacial sera situé dans le décanteur de base 9. En général, la phase dispersée passe plus rapidement à travers la zone de contact que la phase continue et si une des matières à mettre en contact est relativement instable, il est généralement souhaitable qu'elle soit la phase dispersée.

De nombreuses modifications peuvent être apportées à l'appareillage décrit ci-dessus, sans que l'on s'écarte de la portée de l'invention. Ainsi, la chambre de stator peut être formée au sommet et l'appareil peut fonctionner soit sous pression réduite, soit sous pression accrue. Au lieu d'être disposés comme représenté à la figure 5, les conduites 6 et 7 d'alimentation en phases légère et/ou lourde peuvent respectivement rejoindre les conduites de recyclage 12 et 13, ou bien être placées en un endroit quelconque le long de la colonne statorique. Cette dernière peut être munie de conduites d'alimentation latérales servant à l'introduction de fluides identiques ou différents (tels que des fluides pour régler le pH de systèmes fluides). Cette colonne peut aussi être pourvue

de conduites d'extraction pour séparer des courants latéraux pouvant être extraits, ou réintroduits en partie ou en totalité dans le dispositif en des points répartis le long de la colonne. Le décanteur peut comprendre d'autres dispositifs connus, favorisant la séparation, que les longs tubes 14 et 15 représentés à la figure V. Le rotor peut être supporté uniquement par un palier de sommet ou un palier de base. L'appareil peut posséder une enveloppe et des liquides peuvent circuler dans la dite enveloppe et/ou dans le rotor pour régler et maintenir une température voulue quelconque. Le moteur 5 peut être disposé de manière à commander soit une extrémité soit les deux extrémités du rotor, cette commande pouvant se faire directement ou indirectement. Si le rotor est relativement long par rapport à son diamètre, il peut être maintenu par des paliers entre ses extrémités. Le rotor peut être entraîné par une source de puissance appropriée quelconque. Des forces étrangères indépendantes telles que des vibrations sonores et ultra-sonores et la lumière ultra-violette et infra-rouge, des champs électromagnétiques, électrostatiques et de gravitation, de la chaleur etc.. peuvent être imposées aux matières renfermées <sup>dans</sup> la zone annulaire pendant la période de mise en contact.

L'appareil peut être constitué de toute matière appropriée résistant à l'effort des forces de rotation et des autres forces en présence pendant son fonctionnement. La matière constituant l'appareil ne peut réagir avec les fluides hétérogènes qui y sont mis en contact. Parmi les matières convenant à cet effet, on peut citer divers aciers tels que l'acier inoxydable, le laiton nicklé, le métal monel, l'aluminium, le magnésium, le verre, la faïence, le bois, les matières plastiques, etc..., l'emploi de l'une ou l'autre de ces matières dépendant de la nature des fluides mis en contact et de la température et des pressions utilisées.

Pour un système fluide donné, le degré de contact dans le

contacteur rotatif est déterminé par le degré auquel la phase dispersée est portée par des tourbillons engendrés dans la phase continue se trouvant dans la zone de contact annulaire. Le degré de contact dans un procédé de séparation peut être défini par la vitesse de transfert d'un ou plusieurs composants d'une phase à une autre par unité de temps et par unité de volume de mélange fluide se trouvant dans la zone de contact.

Lorsque, pendant le fonctionnement d'un appareil à contacteur rotatif du type défini ci-dessus, la zone annulaire est remplie d'un liquide, une force de cisaillement prend naissance dans le fluide, la dite force donnant lieu à un type particulier de courant dans la zone annulaire. Dans un appareil du type représenté à la figure 5, le courant normal se présente dans ou autour d'une série de tourbillons annulaires couplés se présentant sous la forme de "beignets" ou "soufflés" empilés axialement l'un sur l'autre autour du rotor. Le courant du fluide dans ces tourbillons s'étend en premier lieu autour de l'anneau ou autour du rotor et en second lieu autour de la périphérie du "soufflé" susdit entre le rotor et le stator comme dans un anneau de fumée (voir figure 7). Ce courant de fluide s'étend dans des directions telles que les deux sections de "soufflés" adjacents tournent comme s'ils étaient engrenés l'un avec l'autre. La longueur du tourbillon correspond dans la plupart des cas à la distance entre le rotor et le stator, de sorte que la hauteur du double "beignet" ou "soufflé" est au moins égale à deux fois cette distance.

En introduisant une autre substance fluide dans le fluide continu se trouvant dans la zone de contact, la dite substance formant une phase séparée par rapport au fluide se trouvant dans la zone, il se produit une dispersion de la dite substance. Les particules dispersées sont plus ou moins entraînées dans les trajets du courant de la phase continue dans et autour des dits tourbillons. Le degré de dispersion et le degré auquel

la phase dispersée est entraînée dans les tourbillons, de même que la vitesse de passage d'une phase à l'autre, dépendent 1° de la grandeur de la force de cisaillement dans la phase continue et 2° des propriétés relatives de la phase continue et de la phase dispersée. Ces facteurs sont :

- 1°) La vitesse de rotation angulaire relative des surfaces de contact adjacentes.
- 2°) Les rayons des surfaces de contact.
- 3°) La vitesse de courant des phases (continue et dispersée) à travers la zone de contact.
- 4°) La force de décantation, soit naturelle (pesanteur) soit induite par des champs magnétiques ou électrostatiques, etc...
- 4°) La rugosité des surfaces du contacteur.
- 6°) La température.
- 8°) La pression.
- 8°) La stabilité dynamique de l'appareil.
- 9°) La viscosité des phases.
- 10°) La densité des phases et la densité différentielle entre celles-ci.
- 11°) La tension interfaciale entre les phases.
- 12°) Les tensions d'adhésion entre les phases et les surfaces cylindriques.
- 13°) Les coefficients de pellicule de transport de masse entre les deux phases.
- 14°) La répartition du composé réparti entre les phases.
- 15°) Le pH du système.

Les facteurs indépendants qui influent sur la vitesse de transfert pour deux phases liquides circulaires à contre-courant dans une colonne donnée et pour un système liquide donné sont : la vitesse de rotation, la vitesse de flux de chaque phase dans la zone, la phase qui est dispersée, la température et la pression.

Les dimensions relatives des particules de la phase dis-

persée par rapport aux dimensions du tourbillon sont un autre facteur pour la détermination du degré auquel les particules sont entraînées avec le tourbillon. Ainsi, dans des contacteurs ayant le même rapport entre le diamètre du rotor et le diamètre du stator, des particules de dimensions données sont plus facilement entraînées dans des tourbillons dans des contacteurs de grandes dimensions qu'elles ne le seraient dans des contacteurs de plus petites dimensions.

Lorsque la substance à disperser est un liquide ou un gaz, les forces de cisaillement dans la phase continue l'obligent à se scinder en particules de dimensions limitées, celles-ci dépendent également des propriétés relatives des deux phases. Ceci signifie que les particules de la phase dispersée ont des dimensions et une forme suffisamment uniformes pour qu'environ 80 % de la phase dispersée se composent de particules ayant des vitesses de sédimentation variant entre 1/4 et 4 fois la vitesse de sédimentation moyenne (cette vitesse de sédimentation moyenne est exprimée par la relation suivante :  $v = \frac{F_d}{H} + \frac{F_c}{1-H}$ , dans laquelle H est la fraction de volume de la phase dispersée dans la zone de contact, et Fc et Fd sont respectivement les vitesses d'alimentation de la phase continue et de la phase dispersée en volume par unité de surface et par unité de temps. Les particules de la phase dispersée se maintiennent sensiblement aux mêmes dimensions pendant toute la durée de leur passage à travers la zone de contact.

La formation de particules de dimensions uniformes a l'avantage d'empêcher l'émulsification et/ou la formation d'écume, souvent causées par la formation d'au moins quelques petites particules en excès dans les autres types d'appareils à contact. Ainsi, le procédé suivant la présente invention est particulièrement applicable aux systèmes fluides à mettre en contact, qui, dans d'autres appareils, donneraient lieu à des difficultés par la formation d'une émulsion.

Etant donné que la différence relative dans la vitesse angulaire entre les deux surfaces de la zone de contact est augmentée, un nombre progressivement croissant de particules de la phase dispersée est entraîné par les tourbillons. Des quantités différentes de particules entraînées par les tourbillons de la phase continue forment des dessins différents, qui constituent une indication visuelle du degré de contact entre la phase dispersée et la phase continue. C'est la raison pour laquelle le dessin peut être utilisé comme moyen d'estimation du degré de contact entre les deux phases.

Il existe une gamme définie de vitesses angulaires relatives, pour lesquelles on obtient une mise en contact efficace et pour lesquelles des dessins déterminés sont observés. Cette gamme de mise en contact efficace est la gamme de "répartition ordonnée" et, en particulier, la région dans cette gamme du dessin en forme de "chevron" ou "arête de hareng".

Les régions et dessins obtenus lorsque la vitesse angulaire relative entre les surfaces de la zone de contact augmente depuis zéro jusqu'au delà de la gamme de mise en contact efficace peuvent être décrits comme suit :

Dimensions apparentes des particules de la phase dispersée	Répartition apparente des particu- les disper- sées dans la phase continue	Courant apparent des par- ticules à travers de con- tact annu- laire	Dessins apparents des par- ticules dans la zone annu- laire de tact annu- contact	Qualité du contact entre les phases dispersées et con- tinues. Voir figures
--	--	---	---	--

Région.

A	Banderolles et groses parti- cules	irréguliè- re	hélicoï- dal	irrégu- liers	VII, a, b, c.	pauvre
---	--	------------------	-----------------	------------------	------------------	--------

B	Particules plus petites et de dimensions plus uniformes	réparti- tion or- donnée.	légèrement incliné à horizon- tal	striés	VIII a VIII b	assez bonne
---	--	---------------------------------	--	--------	------------------	-------------

C	particules de dimensions faibles et uniformes	réparti- tion ord- onnée.	horizontal autour du rotor, par- ticules concentrées dans les tourbillons	bandes étroites, IX a périodi- IX b ques, ré- gulières alternan- tes, de pha- se conti- nue clai- re, et contenant quelques bandes larges de particules dispersées dans lesquel- les déhombreu- ses particu- les sont dis- persées dans la phase continue. Début de "dessins à chevrons".	bonne
---	--	---------------------------------	---	---	-------

45

D Particules de dimensions faibles et uniformes

répartition prdonnée

Autour du rotor dans les tourbillons, et autour des sections des tourbillons

"Chevrons" beaux et clairs

Xa Xb

excellente

E Particules de dimensions faibles et uniformes

répartition ordonnée

Autour du rotor dans les tourbillons et autour des sections des tourbillons

"Chevrons" pointus et pouvant apparaître aussi en bandes comme dans la région C (ci-dessus).

Xla Xlb

excellente

F Petites particules au hasard, désordre

aucun, au hasard

pas de dessin défini

pas de courant contrôlé à travers la zone de contact.



Les figures Vll à Xlb représentent respectivement les divers types de dessins obtenus dans un appareil du type représenté à la figure V, lorsque la vitesse du rotor augmente depuis une vitesse de rotation lente jusqu'à une vitesse où il se produit un désordre fortuit des particules dispersées. Bien que les figures Vlla et Vllb représentent les dessins observés lorsque le rotor tourne sensiblement à la même vitesse, la différence entre les dits dessins est due au fait qu'à cette vitesse, des variations de tensions superficielles ont un effet important sur l'apparence du dessin. Les fluides représentés à la figure Vlla ont une tension interfaciale supérieure à celle des fluides représentés à la figure Vllb. Comme la vitesse augmente encore dans la région A, les systèmes représentés aux figures Vlla et Vllb apparaissent plus ou moins comme celui représenté à la figure Vllc.

La figure Xll montre l'aspect de la phase dispersée dans la phase continue, si une photographie instantanée des régions C, D ou E du dessin à chevrons de "soufflés" du contacteur est prise.

Avec certains contacteurs rotatifs et certains systèmes fluides, les tourbillons du type à "soufflés" sont remplacés par un dessin à double hélice se présentant sous l'aspect d'une "enseigne de coiffeur" (voir figures Xllla et Xlllb). Dans le dessin à double hélice, les particules se déplacent autour du rotor et autour de la périphérie d'une section de l'hélice entre le rotor et le stator (voir figure XlV) dans des directions telles que deux sections d'hélice adjacentes tournent comme si elles étaient reliées l'une à l'autre. La double hélice peut apparaître pour la première fois dans l'une ou l'autre des régions C, D et E de "répartition ordonnée".

Le désordre apparaît dans la région F est dû au fait que la phase dispersée ne se déplace pas de manière indépendante dans la direction de sa force de gravitation. Dans

un système à courant opposés, ceci provoque la "noyade" de la colonne, c'est-à-dire que les deux phases sont simultanément extraites soit par l'une soit par les deux conduites d'extraction 10 et 11 de la figure V. Lorsque les particules dispersées sont disposées en désordre et au hasard, les types désirés de dessins de contact disparaissent et les avantages, tels que le courant ordonné, la répartition ordonnée, les tendances minima à l'émulsification, les durées de contact contrôlées, etc..., ne sont plus obtenues.

Le point correspondant à la "noyade" susdite peut être déterminé comme suit :

On trace sur le même graphique (non représenté) les deux courbes définies par

1) le rapport du volume de phase dispersée au volume de phase continue dans la colonne par rapport à la vitesse périphérique du rotor et

2) le rapport des vitesses linéaires des deux phases à travers la colonne par rapport à la vitesse périphérique du rotor. Le point d'intersection des courbes (1) et (2) est le point de "noyade". Ce phénomène de "noyade" peut être représenté par l'équation suivante :

$$H = \frac{1}{\frac{(F_c)}{(F_d)} \frac{1}{2} + 1}$$

dans laquelle H est la fraction de volume de la phase dispersée dans la colonne lorsque <sup>la noyade</sup> ~~l'émulsification~~ se produit, et  $F_c$  et  $F_d$  sont respectivement les vitesses d'alimentation des phases continue et dispersée, exprimées en volumes par unité de surface et unité de temps.

Un autre critère d'efficacité de contact dans le contacteur rotatif suivant la présente invention peut être exprimé par un

nombre de Reynold pour le flux ou courant de rotation du mélange fluide dans la zone annulaire. Ce nombre de Reynold pour le courant de rotation est représenté par la formule :

$$Re_R = \frac{(R_2 - R_1) V \rho}{\eta}$$

- $R_2$  = rayon de la surface extérieure de révolution  
 $R_1$  = rayon de la surface intérieure de révolution  
 $R_2 - R_1$  = espace libre  
 $V$  =  $R_1 \omega_1$ , lorsque  $\omega_2 = 0$ ;  $V = R_2 \omega_2$  lorsque  $\omega_1 = 0$  et

$$V = \frac{R_2 + R_1}{2} (\omega_2 - \omega_1) \text{ lorsque les deux surfaces tournent,}$$

$\omega_2$  étant la vitesse angulaire de la surface extérieure de révolution,  $\omega_1$  étant la vitesse angulaire de la surface intérieure de révolution,  $\omega_2$  étant différent de  $\omega_1$ .

$\rho$  = densité du mélange fluide dans la zone de contact annulaire.

$\eta$  = viscosité du mélange fluide dans la zone de contact annulaire.

Lorsque seule la surface intérieure de révolution de la zone annulaire tourne, le produit de la vitesse périphérique par l'espace libre entre les deux surfaces, en n'importe quelle section à travers la zone, divisé par la viscosité cinématique  $\frac{(\eta)}{(\rho)}$  du mélange fluide dans la zone annulaire devrait être supérieur à 2500 et, de préférence, supérieur à environ 3000. Ces valeurs représentent des nombres non dimensionnels.

Lorsque seule la surface externe de révolution tourne, une condition opératoire avantageuse est réalisée lorsque le produit de la vitesse périphérique par l'espace libre entre les deux surfaces en n'importe quelle section à travers la zone, divisé par la viscosité cinématique du mélange fluide dans la zone

ne est supérieur à environ 2000 (nombre non dimensionnel). La valeur critique dans ces dernières conditions est moindre que dans l'exemple précédent, étant donné que des tourbillons stables sont maintenus sur une large gamme dans ce type d'appareil.

Dans un appareil du type mentionné à la figure V, contenant des systèmes aqueux de contact, dans lesquels la viscosité cinématique du mélange fluide dans la colonne n'est pas sensiblement supérieure à celle de l'eau, un contact effectif est obtenu quand la vitesse périphérique du cylindre inférieur est supérieure à environ 2,5 ou 3 pieds par seconde.

Dans un appareil à contact dont les deux surfaces de révolution tournent dans le même sens, le rapport entre la vitesse angulaire de la surface interne de révolution et celle de la surface extérieure de révolution doit être supérieur au carré du rapport entre le rayon de la dite surface extérieure et le rayon de la dite surface intérieure, c'est-à-dire en n'importe quelle section de la zone de contact

$$\frac{\omega_1}{\omega_2} > \frac{(R_2)^2}{(R_1)^2}$$

Le rapport entre la qualité du contact et la vitesse périphérique relative d'un rotor dans un appareil similaire à celui représenté à la figure V pour un système d'extraction liquide-liquide est illustré par les courbes représentées à la figure XV. La qualité est exprimée par le nombre d'étages théoriques par pied de longueur de la colonne calculé par la méthode décrite par Hunter et Nass dans "Journal of the Society of Chemical Industry" Vol: 51, p. 285 T (1932). Les diverses courbes de la famille représentée à la figure XV représentent les divers débits pour une colonne donnée lorsqu'une phase donnée parmi les deux phases en présence est dispersée. Les débits totaux pour chacune des courbes 50, 51, 52 et 53 sont de 0,0231, 0,0385, 0,0665 et 0,135 gals/pouce carré/minute. Ces chiffres montrent que plus le débit est élevé, plus grande est la

qualité du contact pour une même vitesse périphérique.

La courbe en traits interrompus 54 est basée sur le même débit que la courbe 52, mais les phases sont inversées. Comparée à la courbe 52, la courbe 54 montre que l'on obtient une extraction efficace, quelle que soit la phase dispersée.

Les courbes se terminent chacune à un point où toute augmentation ultérieure de la vitesse périphérique provoque une <sup>noyade</sup> "~~insécurité~~". Toutes les courbes passent par un maximum, pourvu qu'elles ne soient pas interrompues/ avant ce maximum par une <sup>noyade</sup> "~~insécurité~~". La qualité ou le rendement maximum est atteint pour chaque débit différent à environ la même vitesse périphérique pour chaque système fluide donné et dans une colonne donnée (voir figure XV).

L'efficacité ou rendement correspondant au sommet de la courbe 50 peut être également obtenu sur chacune des courbes 51, 52 et 53 à des débits supérieurs correspondants et à des vitesses périphériques inférieures. Ces courbes montrent que l'intervalle des débits est très étendu et qu'en même temps on peut maintenir des niveaux d'efficacité relativement élevés. En d'autres mots, l'intervalle de fonctionnement du contacteur rotatif est très étendu, ce qui constitue un avantage important dans les procédés industriels. Ainsi, lorsqu'on entraîne le rotor à l'aide d'un moteur à vitesse variable, on peut aisément obtenir différents effets, et l'efficacité de l'opération de contact peut être réglée à volonté dans de larges limites.

Changer la vitesse angulaire relative des surfaces dans une colonne donnée revient soit à changer le type ou la dimension de la matière de garnissage telle que anneaux de Raschig, etc... dans une tour à garnissage, soit à changer la dimension ou grandeur des jets dans une tour d'arrosage, soit à changer la dimension des trous dans une tour à plaque perforée. La facilité avec laquelle on fait varier la vitesse définie ci-dessus contraste fortement avec la difficulté que l'on éprouve

à changer le garnissage, la grandeur des jets ou la grandeur des trous dans d'autres colonnes.

Le contacteur rotatif suivant la présente invention présente, en outre, l'avantage important de permettre un réglage facile du temps de séjour de la phase dispersée dans la zone de contact par ajustement de la vitesse périphérique relative entre les surfaces de la zone. Ceci est particulièrement avantageux lorsqu'on réalise le traitement ordonné de toutes les particules dispersées à travers la zone.

A la figure XVI, deux courbes ont été tracées d'après les données fournies par un système d'extraction donné composé d'un liquide aqueux et d'un autre liquide se déplaçant à contre courant du premier. Les deux phases liquides ont une différence de densité minimum d'environ 0,2 gm par cc. Ils ont une tension interfaciale minimum d'environ 10 dynes par cm. Enfin, la viscosité de la phase non aqueuse continue est d'environ 1 centipoise. Le système est mis en contact à des vitesses de rotor différentes dans un grand contacteur et dans un petit contacteur. De plus, on travaille à des débits totaux différents, de manière à obtenir une série de courbes ayant des maxima analogues aux courbes représentées à la figure XV. L'efficacité du contacteur est obtenue pour chaque maximum à chaque débit et ces données pour chaque contacteur sont portées sur un graphique de manière à obtenir les courbes 60 et 61 de la figure XVI. D'après l'échelle de débit total en gallons par pouce carré de surface annulaire et par minute, une bonne efficacité est obtenue dans un tel système pour un débit total supérieure à 0,025 environ et, de préférence, supérieur à 0,05 gallon par pouce carré et par minute. Entre 0,05 et 0,1 gallon par pouce carré et par minute, l'efficacité optimum varie de moins de 20% pour une variation correspondante de 100 % du débit total. C'est pourquoi la région située au-dessus de 0,05 gallon par pouce carré et par minute est une région où l'on opère, de préférence, étant donné l'efficacité.

ence élevée et le plus grand intervalle de débits dans lequel on peut travailler.

En considérant l'effet des variations de dimensions du contacteur rotatif sur son efficacité, en comparaison avec des variations similaires réalisées sur d'autres appareils de contact tels qu'une tour à garnissage ou une tour à plateau tamiseur, on peut affirmer ce qui suit : Il est généralement admis par l'homme de l'art que l'efficacité par stade est pour une tour de contact telle qu'une tour à garnissage, approximativement inversement proportionnelle à la racine carrée de la surface transversale de contact. A la figure XVll~~l~~, le produit de l'efficacité par la racine carrée de la surface transversale susdite est porté en ordonnée, tandis que la surface transversale effective de contacteurs rotatifs et de tours à garnissage de grandeurs différentes pour un même système fluide est portée en abscisse. Si l'efficacité était approximativement proportionnelle à la racine carrée des surfaces transversales des contacteurs rotatifs et des colonnes à garnissage, les lignes 81 et 82 devraient être horizontales et parallèles. Mais la ligne 82 est inolinée vers le haut lorsque la grandeur de la surface transversale du contacteur augmente, ce qui montre que, pour un contacteur rotatif de grandeur croissante, l'efficacité de ce contacteur est progressivement supérieure à celle d'une tour à garnissage. De même, l'efficacité initiale d'un contacteur rotatif est sensiblement plus élevée que celle d'une tour à garnissage de même grandeur, la ligne 82 étant, en effet, sensiblement au-dessus de la ligne 81.

Les contacteurs rotatifs suivant l'invention sont définitivement supérieurs aux autres types de contacteurs lorsqu'ils ont des surfaces transversales annulaires effectives de plus de 1,5 pouces carrésq

Plus la tension interfaciale entre les deux phases est basse, plus il est facile de disperser une phase dans l'autre, c'est pourquoi des agents appropriés peuvent être ajoutés à

l'une et/ou l'autre phase(s) fluide(s) pour réduire la tension interfaciale dans la zone de contact. De même des agents à surface active peuvent aussi être utilisés de cette manière pour empêcher la formation d'émulsions dans l'appareil. Le choix d'un agent à activité superficielle approprié, soit cationique, soit anionique, soit les deux, dépend de la nature des fluides à mettre en contact. Certains agents à activité superficielle appropriés sont des composés organiques contenant un ou plusieurs des radicaux suivants : sulfate métallique ou acide, sulfonate, phosphate, phosphonate, carboxylate, hydroxyle ou sulfhydryle, carbonyle, formyle, éther ou ester, amine primaire, secondaire ou tertiaire, radicaux ammonium quaternaires ou autres radicaux basiques "onium", cyano, thiocyanate ou nitro, halogénures. Ainsi il est souvent souhaitable d'utiliser de tels agents quand on extrait de la pénicilline de solutions aqueuses au moyen de solvants pour empêcher que les impuretés de la solution de pénicilline ne s'émulsifient.

Certains cas pouvant être traités par le procédé suivant l'invention seront cités à présent.

#### I. Systèmes gaz-liquide et liquide-gaz.

Procédés généraux de purification de gaz, d'extraction de gaz, comprenant le chauffage au reflux dans distillation et extraction par distillation, absorption de gaz, humidification et déshumidification de gaz.

#### II. Systèmes gaz-solide (dans lesquels le solide est une matière en poudre fluidifiée.

Opération d'adsorption, telles que la séparation de méthane et d'autres gaz légers d'éthane et d'éthylène dans le gaz naturel par adsorption sur charbon de bois, réactions d'adsorption employant du silicagel et d'autres matières adsorbantes en poudre.

Fractionnement de poudre par décantation ou flottation gazeuse.



Opérations d'adsorption chimique, telles qu'adsorption d'oléfines, de dioléfines ou d'acétylènes par des sels de cuivre.

111. Systèmes liquide-liquide.

Procédés d'extraction par solvant pour la séparation de mélanges liquides contenant des composants organiques et/ou inorganiques de différents degrés de polarité et/ou saturation ou configuration moléculaire, tels que la séparation d'oléfines, de dioléfines, d'acétylènes, de naphthènes, d'aromatiques, d'alkylphénols, de thiophénols, de bases azotées, etc... à partir de pétrole ou de fractions d'huile de goudron de houille, de même que leurs mélanges synthétiques, à l'aide d'un ou plusieurs solvants sélectifs tels que l'anhydride sulfureux, le furfural, les phénols, les sulfolanes, les solutions contenant du cuivre, les aldéhydes, les cétones, les éthers, les esters, les amines, les nitrites, les hydrocarbures nitrés et les composés similaires.

Raffinage et purification des acides gras, des huiles grasses, des huiles animales et végétales, et des huiles essentielles, telles que l'huile de lin, l'huile de graine de soja, l'huile de citron, l'huile de résine, l'huile de coton et les produits similaires, à l'aide de solvants appropriés, tels que l'éthanolamine, le furfural, le sulfolane, et les solvants similaires.

Purification d'une dialkylamine, telle que la diisopropylamine, par séparation de cette dialkylamine de la monoalkylamine correspondante ou d'autres impuretés, à l'aide d'un solvant hydrocarboné.

Extraction, concentration et purification d'antibiotiques, tels que la pénicilline, à l'aide de solvants sélectifs.

Séparation de polymères à l'aide de solvants.

Séparation de l'épi- et de la dichlorhydrine de l'eau à l'aide d'éther diisopropylique ou d'un autre solvant appro-

prié.

Nombreuses autres méthodes d'extraction par solvant, particulièrement celles dans lesquelles un grand nombre d'étages d'extraction est requis, étant donné les faibles différences de solubilité des deux substances à séparer dans le solvant employé pour leur séparation.

Réactions de neutralisation comprenant des procédés de traitement de liquide alcalin caustique, tels que le traitement d'huiles hydrocarbonnées contenant des composés acides, comme l'hydrogène sulfuré, les mescaptans et thiophénols, les alkylphénols, les acides naphténiques, les acides sulfoniques, par contact avec des solutions aqueuses d'alcali caustique contenant des solutions solubilisantes et des éléments similaires.

Séparation d'alkylphénols de thiophénols et séparation de mélanges d'alkylphénols ou de thiophénols en leurs constituants.

Séparation et purification de mélanges d'acides sulfoniques naphténiques en leurs constituants.

Procédés de traitement par acide, tels que le traitement d'huiles minérales par de l'acide sulfurique pour absorber les composants donnant lieu à la formation de gomme et autres impurétés.

#### IV. Systèmes liquide - solide.

Réactions de lessivage ou de lavage, telles qu'activation d'argile au moyen d'acide, lavage de précipités, déshuilage de cire au moyen de solvants, régénération d'adsorbants, déshuilage d'adsorbants, extraction d'huile de schistes, extraction d'huiles d'asphaltes, extraction d'huiles grasses de leurs farines ou flocons (semences de coton, fèves de soja) à l'aide de solvants organiques.

Séparation de protéines, d'antigènes, de protéines allergéniques, et d'autres composants du sang, d'hormones, de vitamines et d'antibiotiques, de solutions les contenant par adsorption sur une matière solide adsorbante.

Séparation de composés de différents degrés de polarité ou de saturation, <sup>que</sup> telle/séparation des phénols d'hydrocarbures, d'aromatiques, de non aromatiques par absorption sur un agent absorbant solide comme le silicagel.

Sont également compris dans ce domaine, les procédés utilisant des substances échangeuses d'ions, des résines échangeuses d'ions, les substances du type Permutite.

#### V. Systèmes liquide - gaz - solide.

Séparation de minerais par des procédés tels que flottation d'écume etc...

#### VI. Systèmes liquide - liquide - solide.

Séparation de protéines, antigènes, anticorps, protéines allergéniques, et autres composants du sang, d'hormones, et d'antibiotiques de mélanges les contenant par dissolution du mélange dans une phase continue et dispersion <sup>dans</sup> de celle-ci de particules adsorbantes et d'une phase liquide non miscible, de sorte que les particules adsorbantes soient transportées au niveau de séparation entre les deux phases liquides.

#### VII. Systèmes liquide - liquide - liquide.

Transfert d'un soluté d'un solvant à un second solvant, en mettant ceux-ci en contact dans un milieu **dispersant**. Par exemple, extraction de ~~phénols~~ d'un solvant hydrocarboné à point d'ébullition élevé dans un solvant dense à faible point d'ébullition, en mettant les deux solvants en contact l'un avec l'autre à contre courant dans une solution aqueuse alcaline de dispersion.

Les exemples suivants illustrent la manière d'opérer diverses extractions liquide - liquide dans l'appareil par la méthode suivant l'invention.

#### EXEMPLE 1.

Des gazolines dont 5 % ont un point d'ébullition de 135°F et 90 % un point d'ébullition de 338° F d'après la méthode

A.S.T.M. , et qui contiennent diverses quantités de tert-butylmercaptan sont mis en contact, à contre courant, avec une solution 3 N aqueuse d'hydroxyde potassique dans deux appareils de contact en verre de dimensions différentes analogues à celui représenté à la figure V. L'appareil dans lequel s'effectuent les courses 1 et 2 a une hauteur de colonne effective de 25 pouces, un stator de diamètre égal à 1,312 pouce, et un rotor de diamètre égal à un pouce. L'appareil dans lequel s'effectuent les courses 3 et 4 a une colonne de 25 pouces de haut, un stator de diamètre égal à 2,185 pouces et un rotor de diamètre égal à 1,476 pouce. Les courses ont lieu avec des débits différents (voir TABLEAU A ci-dessous) à différentes vitesses du rotor, et les degrés d'extraction suivants sont obtenus.

A partir de ces derniers, l'efficiencé aux étages théoriques par pied de longueur, est calculée suivant la méthode décrite par Hunter et Nash. La phase caustique est la phase continue et la phase gasoline formée est la phase dispersée.

TABLEAU A.

Course N°	Débit de KOH	Gallons/ par pou- ce carré par mi- nute de gazoline	% de tert butyl mer- captan <del>12</del> <del>5,5</del> au dépôt sous forme de 5% raffi- nat.	% tert butyl- mercapi- ten dans le nat.	Vitesse périphé- rique pieds/ sec	Coefficient de réparti- tion de KOH pour gazoli- ne.	Temps (°C) de con- tact par pied.	Rendement ou effi- cience en étages par pied.
1	0,0040	0,0195	0,046 <del>MINIMUM</del>	<del>0,0216</del> <del>MIN</del>	<del>2,14</del> <del>MIN</del>	<del>6,44</del> <del>MIN</del>	23,3	0,422
2	0,0039	0,0096	0,0470	0,000432	3,30	6,53	23,0	5,61
3	0,0011	0,0054	0,0479	0,00817	4,65	6,36	23,8	1,67
4	0,0018	0,0088	0,0500	0,00169	4,65	6,53	23,0	3,45

Les courses 1 et 2 révèlent, toutes autres conditions étant constantes, qu'une augmentation de la vitesse périphérique jusqu'à 2,5 à 3 pieds par seconde conduit à une augmentation disproportionnée dans l'efficience, tandis que les courses 3 et 4 montrent que lorsque la vitesse périphérique est constante et que le débit total est augmenté de 50 %, l'efficience augmente un peu plus de 100 %.

On observe un dessin en forme de "chevron" dans l'appareil de contact pendant chacune des courses précitées, sauf pendant la course qui s'effectue à une vitesse périphérique inférieure à celle requise pour l'obtention d'un dessin.

#### EXEMPLE 11.

Une fraction, à faible intervalle de températures d'ébullition, d'alkylphénols de pétrole commence à bouillir à 195,5°C et a un point d'ébullition final de 206,5°C. 5 % de cette fraction distille<sup>nt</sup> à 197°C, 50 % à 199°C et 95 % à 205°C. Un essai d'acétylation montre que le mélange correspond à environ 57 % de xylénols et d'éthylphénols (comprenant des quantités substantielles d'O-éthylphénol, de 2,6-, de 2,4-, et de 2,5 xylénols) et 43 % de crésol (comprenant des quantités substantielles des trois crésols). Ce mélange est dissous dans une quantité~~ité~~ suffisante d'un mélange à parties égales en volume d'isooctane et de benzène pour donner une solution contenant 200 grammes d'alkylphénole par litre de solution. La solution résultante est extraite, à contre-courant, à l'aide d'une solution aqueuse d'hydroxyde sodique contenant 2 moles par litre de NaOH dans un appareil de contact rotatif semblable à celui représenté à la figure V et possédant un rotor de 25 pouces de long. ~~rotor~~<sup>et</sup> de 1,476 pouce de diamètre et un stator d'un diamètre de 2,185 pouces. La solution d'alkylphénols est introduite à la vitesse de 0,01125 gallons par pouce carré et par minute et la solution de soude caustique à une vitesse de 0,0053 gallons par pouce carré

et par minute, cette dernière constituant la phase continue.  
La vitesse <sup>du</sup> rotor passe de 3,22 à 3,65 pieds par seconde. En opérant dans ces conditions, on remarque la présence de "chevrons" bien développés.

La teneur en xylénol et en éthylphénol du raffinat atteint 96 %, alors que celle de l'extrait est de 7,9 %.

EXEMPLE 111.

Plusieurs solutions aqueuses de pénicilline sont extraites avec différents solvants dans un appareil de contact rotatif ~~du~~ type représenté à la figure V, ayant un stator <sub>d</sub> de 2,0 pouces de diamètre, un rotor de 1,3 pouce de diamètre et/une longueur de 41 pouces. La colonne est refroidie entre 0°C et 3°C pour empêcher une décomposition de la pénicilline dans la solution. Les chiffres suivants indiquent la récupération et la pureté de la pénicilline obtenue à partir de diverses solutions et dans les conditions suivantes :

TABLEAU B.

Course N°	Pûreté de la pénicilline dans la solution aqueuse de départ.	Solvant	Phase conti- nue	Rapport de dé- part en- tre pha- se conti- nue et phase dis- persée	Vitesse de pé- riphé- rie en révolu- tions/se- conde	% de pé- nicilli- ne récu- pérée dans l'extrait	Raffinat	Extrait
	Unités Oxford/mg <sup>x</sup> de solides							
1	175	MIBK	MIBK	1:1	5,68	97,5%	35	810
2	71	MIBK	produit de départ aqueux	1:1	3,69	92,1%	71	1043
3		50-50% CHCl <sub>3</sub> - MIBK	CHCl <sub>3</sub>	0,67:1	5,68	99,5 %		
4		CHCl <sub>3</sub>	CHCl <sub>3</sub>	0,67:1	6,2	95%		
5		CHCl <sub>3</sub>	Produit de départ aqueux	0,67:1	3,12	96 %		

X Voir l'article de Florey et Jennings dans "British Journal of Experimental Pathology. Vol. 23, p.120, de Juin 1942.



On observe un dessin en forme de "chevron" pendant chacune des courses spécifiées ci-dessus. Les courses 4 et 5 montrent que l'on peut obtenir une extraction efficiente au moyen de deux liquides de différence de densité relativement grande, (Chloroforme 1,5, eau 1,0) lorsque chaque phase est continue.

EXEMPLE IV.

Deux solutions d'acide acétique dans la méthylisobutylcétone sont mises en contact avec de l'eau dans un appareil de contact à stator en verre analogue à celui représenté à la figure V.

La mise en contact se fait sensiblement à température ambiante, à diverses vitesses de rotor et à des taux différents d'eau à fournir.

Le pourcentage d'acide acétique extrait par l'eau et l'efficiencia de l'appareil de contact pour chaque étage théorique par pied sont déterminés pour chaque course. Les chiffres illustrant les deux courses réalisées sont rassemblés dans le tableau C. Les efficiencias ou rendement de contact ont été calculés suivant la méthode citée ci-dessus à propos de l'exemple 1.

TABLEAU C.

Course N°	Dimensions de la colonne en pouces	Concentration de l'acide acétique de départ en moles/ libre	% d'acide acétique en mo- les/li- tres dans Raf- fi- nat	Débit total en gall/ pouce carré/ minute	Rapport de dé- part en- tre pha- se dis- persée et phase continue	Vitesse periphé- rique en pied/sec	Efficience ou rende- ment en étages par pied
--------------	--	--	--	---	--	---	--

1	8,5 6,25 20	0,526	0,91	0,576 0,065	1,32:1	10,2	1,41
2	8,5 6,25 20	0,466	0,084	0,518 0,135	1,36:1	8,16	1,39

465465

Ces exemples montrent la souplesse ou le degré d'adaptation d'un appareil de contact rotatif et également que l'on obtient une efficacité identique en changeant la vitesse périphérique tout en faisant varier le débit dans le sens contraire.

On observe un dessin défini de "chevron" dans la zone de contact pendant chacune des courses définies ci-dessus dans le tableau C.

EXEMPLE V.

Deux volumes de distillats différents d'huile lubrifiante brute ayant des indices de viscosité inférieurs à -50 environ sont mis en contact avec du furfural dans un appareil en verre analogue à celui représenté à la figure V. Le stator de cet appareil a un diamètre de 3,75 pouces. Le rotor a un diamètre de 2,14 pouces, et la distance entre les orifices d'entrée le long de la colonne est de 20 pouces. Le rotor tourne pendant chaque course à 300 tours/minute. Le furfural est chauffé et introduit au sommet de la colonne, par contre l'huile lubrifiante est introduite à la base de la colonne. La phase raffinée d'huile extraite est déchargée au sommet de la colonne, libérée de furfural et son indice de viscosité (V1) est déterminé. Le tableau suivant montre les conditions et les résultats de chaque course.

Course n°	Huile lubri- fiante d'a- limentation Viscosité S.U. sec à 210°F	Débit en cc/min		Colonne Temps °C		Raffinat	
		<u>Huile</u>	<u>Furfural</u>	<u>Sommet</u>	<u>base</u>	V 1	Rendement %
1	200	640	700	88	79	55	50
2	60	650	1075	96	69	44	41

Dans chacune des courses du tableau ci-dessus l'huile lubrifiante constitue la phase dispersée.

Un dessin sous forme de "chevron" est observé non seulement dans les courses du tableau précité, mais également dans des courses où le furfural constitue la phase dispersée.

#### EXEMPLE VI.

Un mélange gazeux de 27,1 vol. % de  $H_2S$  et d'azote est mis en contact à contre-courant avec une solution aqueuse solvante contenant 15,1 % en poids de diéthanolamine à la pression atmosphérique et à la température ambiante dans un appareil de contact en verre dont le rotor a un diamètre de 0,55 pouce, le stator un diamètre de 0,75 pouce et une colonne de liquide de longueur effective égale à 28,0 pouces. On fait tourner le rotor à une vitesse de 1395 tours par minute. Le solvant est introduit au sommet de la colonne à une vitesse de 0,074 gallon par heure, et le mélange gazeux est introduit à la base à une vitesse de 0,425 cc par pied et par heure. Tout le  $H_2S$  est séparé du  $N_2$ .

Des courses comparatives sont réalisées avec le même mélange gazeux, mais avec un solvant en solution gazeuse contenant seulement 6 % en poids de diéthanolamine. L'appareil de contact rotatif employé a un stator en verre de 0,87 pouce de diamètre, et le rotor métallique a un diamètre de 0,63 pouce. Les conditions et résultats suivants sont observés.

Vitesse rotor	Hauteur de liq. en pouces	Vitesse initiale du gaz en pied 3/heure	Vitesse du solvant en gallons heure	Concentration en $H_2S$ du gaz d'alimentation % en vol?	% de $H_2S$ extrait
1240	33,0	0,398	0,039	24,5	72,5
0	32,0	0,398	0,036	29,7	56,5

Un dessin analogue à celui représenté à la figure VIIIa est observé lorsque le rotor tourne à 1240 et 1395 tours par minute.

#### EXEMPLE VII.

Un hydrocarbure léger gazeux cracké bouillant à une température inférieure à la température d'ébullition de la fraction butane - butylène et contenant 2,8 % en vol d'acides, 25,2 % de  $H_2$  et 10 % en volume de produits solubles dans  $H_2SO_4$  à 98 % contenant 3 % d' $H_2SO_4$  est mis en contact à contre-courant, à pression atmosphérique et à température ambiante avec du noir de carbone en poudre dans un appareil de contact possédant un rotor en acier inoxydable de 0,63 pouce de diamètre, un stator en verre de 0,82 pouce de diamètre, la hauteur effective de la colonne de contact étant de 26 pouces. Le rotor tourne à 2200 tours par minute et le gaz est introduit dans la zone de contact à une vitesse de 120 grs/heure. Le gaz extrait contient 34,1 % en volume de  $H_2$ , 0,6 % en volume d'acides et 0,0 % de matières solubles dans le dit acide. On observe un dessin défini de "chevron" des particules de carbone.

#### R E V E N D I C A T I O N S .

1. Procédé de mise en contact de deux ou plusieurs substances qui forment au moins deux phases en contact l'une avec l'autre, tel que la récupération de pénicilline d'une solution la contenant par contact avec un solvant au moins partiellement non miscible à la dite solution, ou l'extraction d'un minerai ou d'une huile grasse par contact de mélanges les contenant avec un solvant susceptible de donner lieu à la formation de deux phases, c a r a c t é r i s é en ce qu'on amène les dites substances en contact pour former les dites phases, en ce qu'on fait passer les dites phases simultanément, et de préférence dans le même sens, à travers une zone annulaire formée entre deux surfaces de révolution concentriques non en contact

l'une avec l'autre, et, de préférence, produites par deux surfaces cylindriques coaxiales, une au moins des dites surfaces tournant autour de son axe à une vitesse angulaire différente de celle de l'autre surface et suffisante pour maintenir une phase dispersée dans l'autre phase (continue) et pour maintenir une répartition ordinairement et, de préférence, en forme de "beignet" de la phase dispersée dans la phase continue, et en ce qu'on ajoute, si on le désire, une substance dissemblable, telle qu'un diluant, au mélange fluide se trouvant dans la dite zone, cette addition ayant pour effet de faire varier les propriétés de tension superficielle du mélange fluide et/ou la viscosité ou la densité d'au moins une des dites phases.

2. Procédé suivant la revendication 1, dans lequel l'épaisseur de l'espace annulaire de la zone annulaire, par rapport au diamètre de la surface intérieure de révolution, est approximativement compris entre 5:1 et 1:50, et dans lequel la surface transversale annulaire est au moins d'environ 1,5 cm<sup>2</sup> pouce-carré.

3. Procédé suivant la revendication 1, dans lequel la vitesse périphérique relative entre les surfaces de révolution est supérieure à environ 2,5 pieds par seconde, mais insuffisante pour produire une répartition désordonnée et/ou une ~~noyade~~ "noyade" dans la zone annulaire.

4. Procédé suivant la revendication 1, dans lequel au moins une des surfaces de révolution tourne autour de son axe, par rapport à la vitesse de l'autre surface, à une vitesse suffisante pour maintenir le rapport entre les vitesses angulaires de la surface intérieure et de la surface extérieure supérieure au carré du rapport entre le rayon de la surface extérieure et le rayon de la surface intérieure en n'importe quelle section à travers la zone annulaire, mais insuffisante pour produire une répartition désordonnée dans la dite zone.

5. Procédé suivant la revendication 1, dans lequel la

465465

surface intérieure tourne autour de son axe à une vitesse angulaire suffisante pour maintenir le produit de sa vitesse périphérique par le jeu annulaire entre les dites surfaces de révolution en n'importe quelle section à travers la zone, divisé par la viscosité cinématique du mélange fluide dans la zone supérieur à environ 2.000.

BRUXELLES, le 24 mai 1946.  
P. 1001 Shell Development  
Company  
P. 1001 G. VANDER HAEGHE

*Wau Stuck*

*fr*

# Shell Development Company

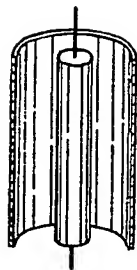


Fig. Ia

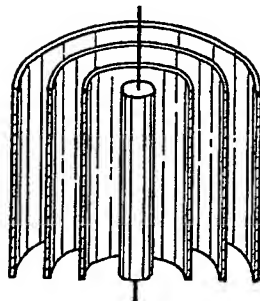


Fig. Ib

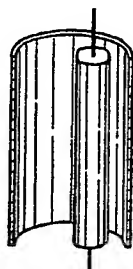


Fig. Ic

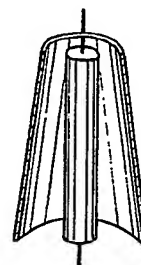


Fig. IIa

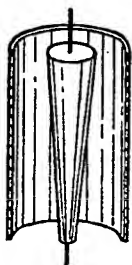


Fig. IIb

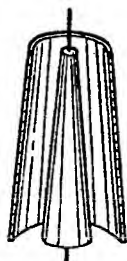


Fig. IIc

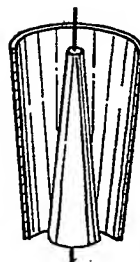


Fig. IId

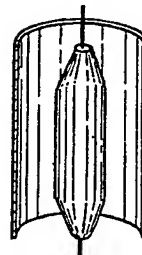


Fig. IIIa

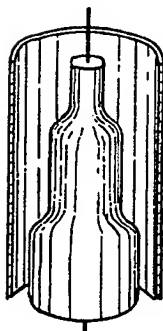


Fig. IIIb

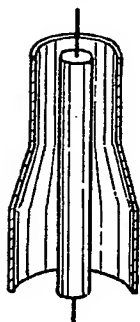


Fig. IIIc

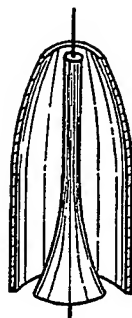


Fig. IVa

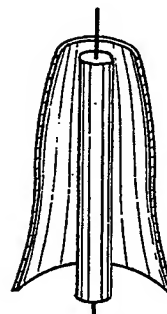


Fig. IVb

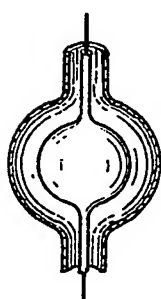


Fig. IVc

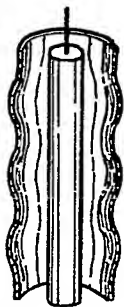


Fig. IVd

MINISTÈRE DES AFFAIRES  
ÉCONOMIQUES

-5 JUIN 1946

BREVETS

BRUXELLES le 24 mai 1946.  
Shell Development  
Company  
P. VAN DER HAEGHEN

*Van der Haeghen*



Shell Development Company

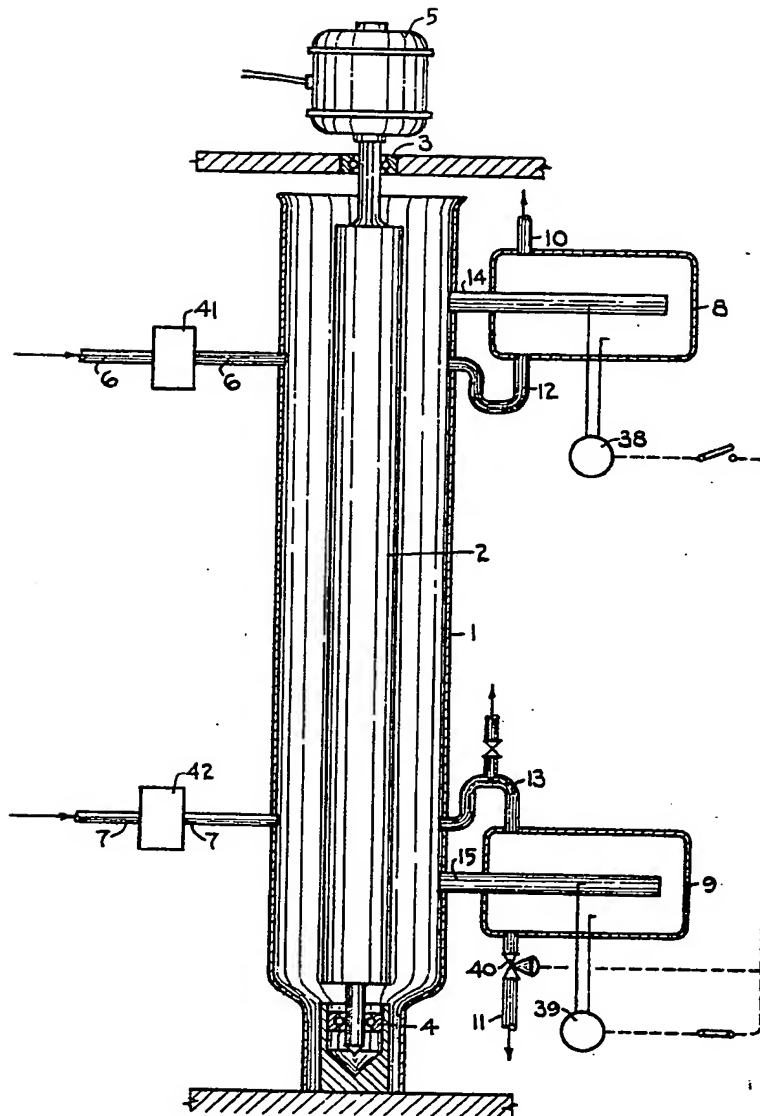


Fig. V

MINISTÈRE DES AFFAIRES  
ÉCONOMIQUES  
SOUVERAINETÉ  
BREVETS

BRUXELLES, le 24 mai 1946.  
Shell Development  
Company  
P. VAN DER WAERDEN

*Van der Waerden*

Shell Development Company

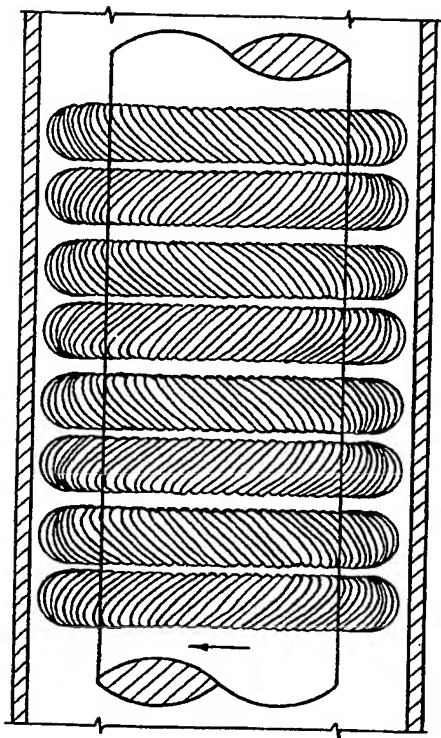


Fig. VI

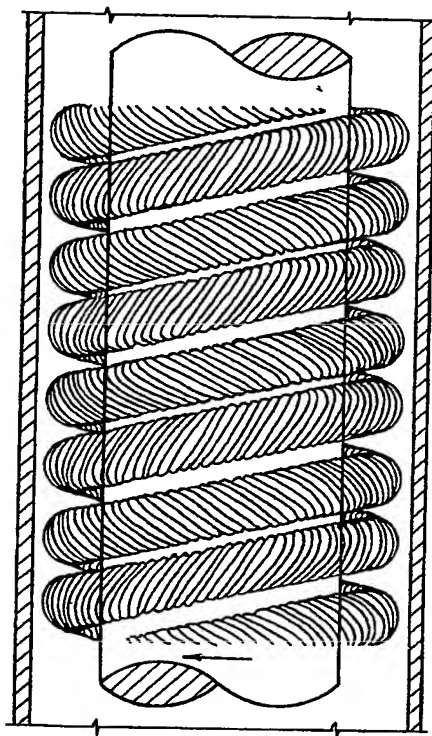
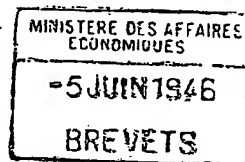


Fig. XIV



24 mai 1946.  
Shell Development  
Company  
P. G. VANDER HAEGHE

*Van Steen*

# Shell Development Company

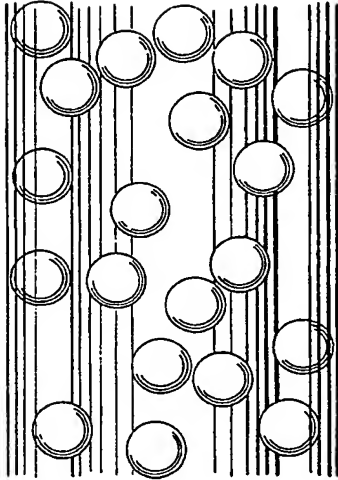


Fig. VIIa

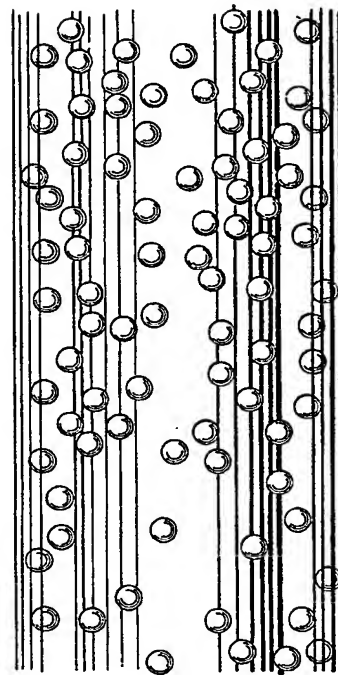


Fig. VIIc

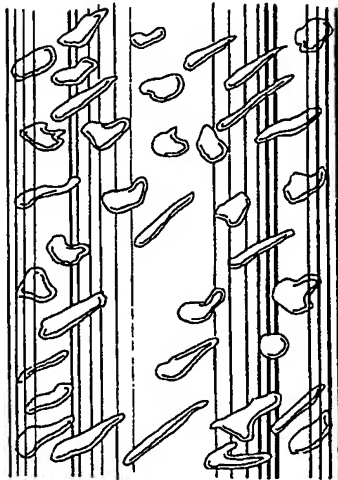
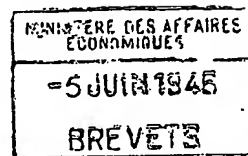


Fig. VIIb



24 mai 1946.  
 Shell Development  
 Company  
 G. VAN DER HAUT

*Van der Ha*

# Shell Development Company

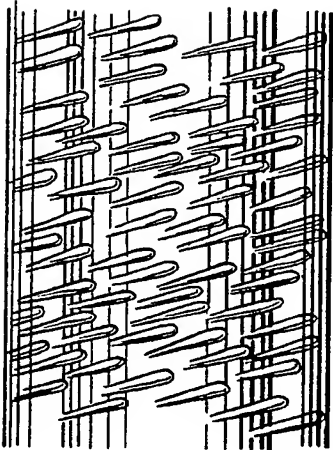


Fig. VIIIa

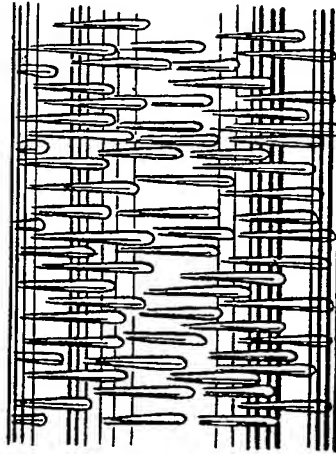


Fig. VIIIb

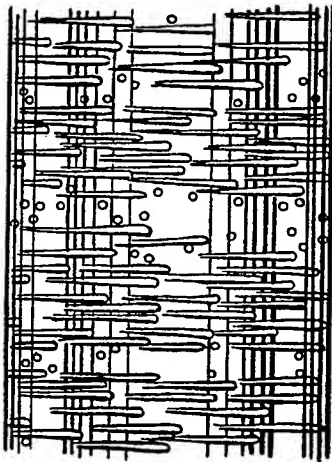


Fig. IXa

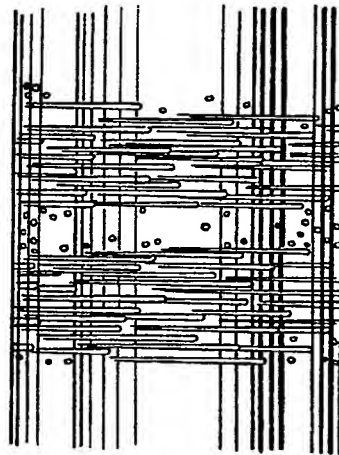


Fig. IXb

EN VENTES, le 24 mai 1946.  
 Shell Development  
 Company  
 H. VANDER HART

*Hen Stierf*



# Shell Development Company.

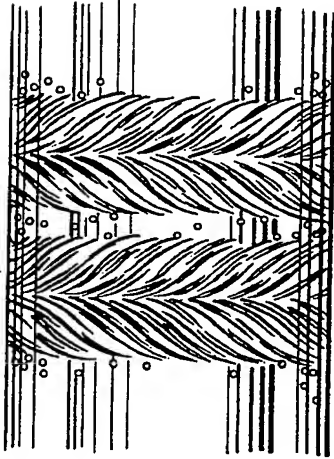


Fig. Ia

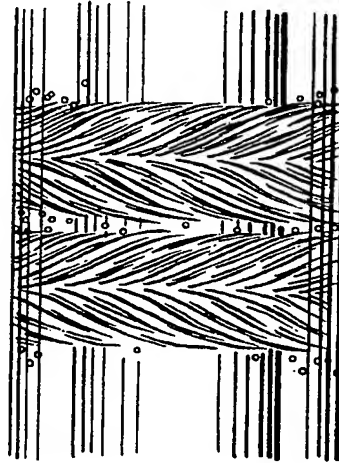


Fig. Ib

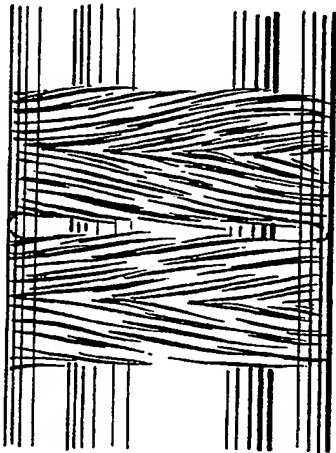


Fig. XIa

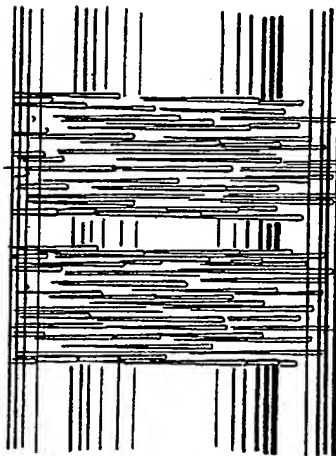
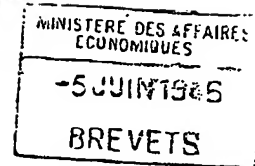


Fig. XIb



24 mai 1946.  
 SHELL DEVELOPMENT  
 COMPANY  
 1000000

*Handwritten signature: Van der ...*

Shell Development Company

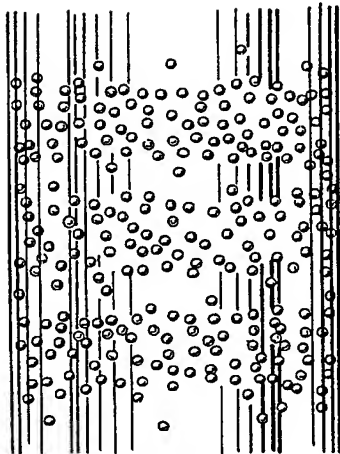


Fig. XII



Fig. XIIIb

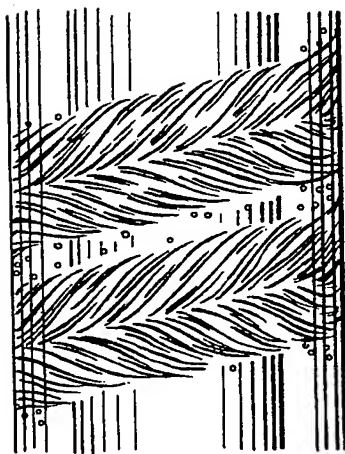


Fig. XIIIa

24 mai 1946.  
Shell Development  
Company  
VANDER BEEK

*[Signature]*

MINISTRE DES AFFAIRES  
ECONOMIQUES

3 JUIN 1946

BREVETS

# Shell Development Company

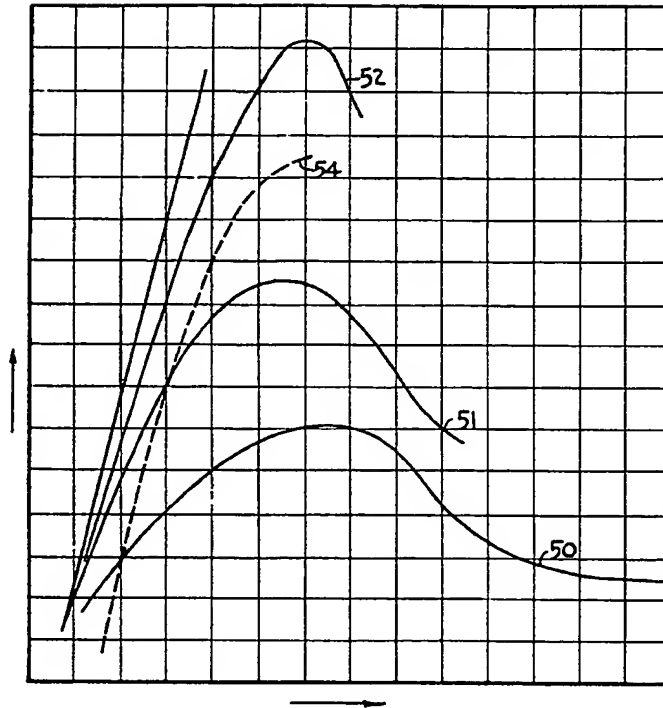


Fig. XV

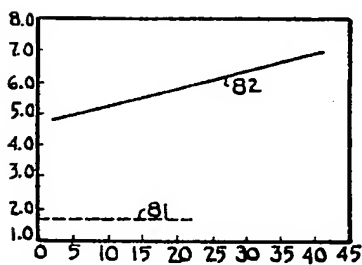


Fig. XVII

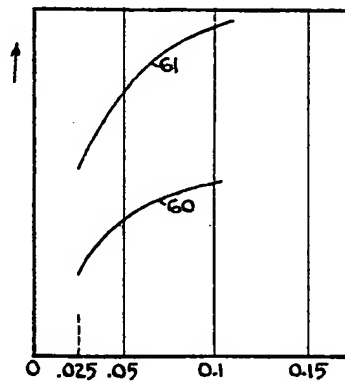
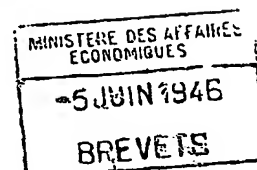


Fig. XVI

BRUXELLES, le 24 mai 1946.  
 Shell Development  
 Company  
 Dr. G. VANDER HAEGHE

*Henri Steen*



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**